

DERWENT-ACC-NO: 1984-079267

DERWENT-WEEK: 198413

COPYRIGHT 2007 DERWENT INFORMATION LTD

JP 59-031840

TITLE: Dispersion-strengthened titanium alloy prodn. - by  
mixing or plating titanium powder with nickel powder,  
compacting under pressure and heat-treating

PATENT-ASSIGNEE: NIPPON GAKKI SEIZO KK[NHIG]

PRIORITY-DATA: 1982JP-0140699 (August 13, 1982)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 59031840 A	February 21, 1984	N/A	005	N/A
JP 91043332 B	July 2, 1991	N/A	000	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP 59031840A	N/A	1982JP-0140699	August 13, 1982
JP 91043332B	N/A	1982JP-0140699	August 13, 1982

INT-CL (IPC): C22C001/04, C22C014/00, C22F001/18

ABSTRACTED-PUB-NO: JP 59031840A

BASIC-ABSTRACT:

Ti powder material is either mixed with Ni powder or plated with Ni in  
predetermined thickness, compacted under pressure and heat-treated to form  
Ni-Ti cpd.

The Ni-Ti cpd. is of high hardness and is Ni Ti, Ni<sub>3</sub>Ti, or Ni Ti<sub>2</sub>. It is  
dispersed in Ti matrix. The Ni-Ti compound phase is produced in the final heat  
treatment, so that the Ti alloy is easily worked. Inclusion of Ni may be  
0.1-30%. The Ti powder may have grain size 0.1-15 microns and the Ni powder  
0.1-10 microns. The Ni plating may be performed by electroless plating.

CHOSEN-DRAWING: Dwg.0/1

TITLE-TERMS: DISPERSE STRENGTH TITANIUM ALLOY PRODUCE MIX PLATE  
TITANIUM POWDER

NICKEL POWDER COMPACT PRESSURE HEAT TREAT

DERWENT-CLASS: M26

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 59-031840

(43)Date of publication of application : 21.02.1984

---

(51)Int.Cl.

C22C 14/00  
C22F 1/18

---

(21)Application number : 57-140699

(71)Applicant : NIPPON GAKKI SEIZO KK

(22)Date of filing : 13.08.1982

(72)Inventor : KURAHASHI KAZUO

---

### (54) DISPERSION HARDENING TITANIUM ALLOY AND ITS MANUFACTURE

#### (57)Abstract:

PURPOSE: To facilitate working and to manufacture the titled Ti alloy without deteriorating the lightness in weight by compressing a powdered mixture of Ti powder with Ni powder to form a green compact, working the compact, and forming an Ni-Ti compound by heat treatment.

CONSTITUTION: Ti powder is mixed with Ni powder, the powdered mixture is compressed to form a green compact, and the compact is worked. An Ni-Ti compound is then formed by heat treatment to manufacture a dispersion hardening Ti alloy. The alloy has improved strength without deteriorating the lightness in weight by dispersing the Ni-Ti compound in the Ti matrix. The Ni-Ti compound is formed by the final heat treatment after the working, so the working is easily carried out.

---

### LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's  
decision of rejection]

[Date of extinction of right]

⑬ 日本国特許庁 (JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報 (A)

昭59—31840

⑤ Int. Cl.<sup>3</sup>  
C 22 C 14/00  
C 22 F 1/18

識別記号  
C B A

庁内整理番号  
6411—4K  
8019—4K

④ 公開 昭和59年(1984)2月21日

発明の数 3  
審査請求 未請求

(全 5 頁)

⑭ 分散強化チタン合金およびその製造方法

浜松市中沢町10番1号日本楽器  
製造株式会社内

① 特 願 昭57—140699

⑦ 出 願 人 日本楽器製造株式会社

② 出 願 昭57(1982)8月13日

浜松市中沢町10番1号

③ 発 明 者 倉橋和夫

⑧ 代 理 人 弁理士 豊田武久 外1名

明 細 書

1. 発明の名称

分散強化チタン合金およびその製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) Ti 基地中に Ni - Ti 系化合物が分散されている分散強化チタン合金。

(2) Ti 粉末と Ni 粉末とを混合し、その混合粉末を圧縮して圧粉体とした後加工し、その後 Ni - Ti 系化合物を生成させるための熱処理を行う分散強化チタン合金の製造方法。

(3) Ti 粉末の表面に所定厚みの Ni をメッキし、その粉末を圧縮して圧粉体とした後加工し、その後 Ni - Ti 系化合物を生成させるための熱処理を行う分散強化チタン合金の製造方法。

3. 発明の詳細な説明

この発明はチタン (Ti) 合金およびその製造方法に関するものであり、Ti 基地中にニッケル (Ni) - Ti 系化合物を分散させることにより靱性を損なわずに高強度を得、しかもその製造においては加工後の最終熱処理にて Ni - Ti 系化合物相を生

成させることにより、加工を容易にするものである。

従来の強力 Ti 合金は、いずれも固溶強化型のものであり、α 型合金、α - β 型合金、β 型合金に大別される。α 型合金は、低温安定相である最密六方晶の α 相をベースとするものであつて、例えば Ti に Al を 5 ~ 8 重量% 程度添加して α 相を安定化させ、さらに必要に応じて錫 (Sn)、亜鉛 (Zn)、ジルコニウム (Zr) 等を添加したもの、例えば 5 重量% Al - 2.5 重量% Sn - Ti 合金等が知られている。また α - β 型合金は前記 α 相と高温安定相である体心立方晶の β 相との 2 相組織からなるものであつて、Al 添加に併せて、β 安定型元素であるモリブデン (Mo)、バナジウム (V) 等を添加したもの、例えば 6 重量% Al - 4 重量% V - Ti 合金、あるいは 4 重量% Al - 3 重量% Mo - 1 重量% V - Ti 合金等が知られている。さらに β 型合金は、前述のように β 安定型元素である Mo, V 等を大量 (通常は 10 重量% 以上) に添加したもの、例えば 13 重量% V - 11 重量% Cr - 3 重量% Al - Ti 合金等が知られている。

しかるに上述のような従来のTi合金は、いずれも加工硬化が著しいため、加工に相当な困難を伴うのが実情である。すなわち、上述のような各種のTi合金のうちでも、 $\beta$ 型合金は体心立方晶の $\beta$ 相をベースとするため、六方晶の $\alpha$ 相をベースとする $\alpha$ 型合金や $\alpha-\beta$ 2相組織の $\alpha-\beta$ 型合金と比較すれば若干加工性が良好であるが、それでも加工硬化が相当に激しく、他の軽金属合金に比較して加工性が著しく劣るのが実情である。またこの種の $\beta$ 型合金は、高温安定相の $\beta$ 相を室温まで持ち来たらせるために $\beta$ 安定型元素であるMoやV等の合金元素を大量に添加しなければならず、そのため密度が大きくなって、Ti合金の所期の目的である軽量化の効果が小さい欠点がある。

この発明は以上の事情に鑑みてなされたもので、加工を容易にすると同時に軽金属性を損なわないようにした新規なTi合金およびその製造方法を提供することを目的とするものである。

すなわちこの発明のTi合金は、従来の固溶強化型Ti合金とは発想を根本的に変え、Ni-Ti系の

金属間化合物をTi基地中に分散させることにより高強度としたものであり、しかもその製造方法においては、TiとNiとが未だ化合物となっていない状態で加工を行ない、加工後にNi-Ti系金属間化合物を生成させるようにして、加工を容易にしたものである。

以下この発明のTi合金およびその製造方法についてさらに詳細に説明する。

この発明のTi合金は前述のようにTi基地中にNi-Ti系化合物相を分散させたものである。

Ni-Ti系化合物としてはNiTi, Ni<sub>3</sub>Ti, NiTi<sub>2</sub>があるがいずれも高硬度であり、したがってこれらの化合物の分散によっていわゆる分散強化がなされ、高強度が得られる。ここで、Ni-Ti化合物の分散割合は、Ni重量にして、0.1~3.0重量%程度が望ましい。0.1重量%未満では充分な分散強化の効果が得られず、3.0重量%を超えればTi合金の全体としての重量が大きくなって軽量化の目的に沿わなくなり、しかも熱処理後の靱性が低下してしまう。このようなNi-Ti化合物による分散強化の

機構はいくつか考えられ、その強化の程度は分散粒子の大きさ、分散粒子の間隔、析出量によって著しく変化するが、一般には粒子間の距離の逆数と比例すると考えられており、そのためNi-Ti化合物粒子は可及的に均一かつ高密度に分散させることが望ましい。

上述のような分散強化型のTi合金を製造する方法としては、Ti粉末とNi粉末とを混合し、その混合粉末を圧縮して圧粉体とした状態で加工し、その後Ni-Ti化合物を生成させるための熱処理を行う第1の方法と、Ti粉末の表面に所定厚みのNiをメッキし、そのNiメッキTi粉末を圧縮して圧粉体とした状態で加工し、その後前記同様にNi-Ti化合物を生成させるための熱処理を行う第2の方法とがある。

前者の方法の場合、Ti粉末としては可及的に粒子間隔を狭くするために粒径が0.1 $\mu$ m~15 $\mu$ m程度のもを用い、Ni粉末としては0.1 $\mu$ m~10 $\mu$ m程度のもを用いれば良く、またTi粉末とNi粉末との配合比は、前述のようにNi粉末が0.1~

3.0重量%を占めるように定めることが望ましい。

一方後者の方法の場合、Ti粉末としては前記同様に粒径が0.1 $\mu$ m~15 $\mu$ m程度のものを用い、そのTi粉末の表面に無電解メッキ等により所定厚さのNiメッキを施す。このNiメッキの厚みは、そのNi重量が前述のごとく0.1重量%~3.0重量%となるように定めれば良い。但し場合によってはNiメッキを施したTi粉末と、Niメッキを施していないTi粉末とを混合して用いても良く、この場合にはNiメッキ層の厚みを若干厚くすることができる。

前述のようなTi粉末とNi粉末との混合粉末、あるいはNiメッキを施したTi粉末は、前記のいずれの方法においても先ず圧縮成形し、所定の形状の圧粉体とする。この圧縮手段としては、可及的に高密度の圧粉体を得るため、ゴム等の可塑性材料からなる容器中に裝入して静水圧圧縮により圧縮成形することが望ましい。得られた圧粉体はこれを最終製品形状となるまで押出加工、圧延加工あるいは線引加工等の塑性加工を施すのであるが、この場合通常は純Ni、純TiあるいはNi合

金からなる容器、例えばNiパイプ中に圧粉体を収容し、その状態すなわち容器ごと塑性加工を行うことが望ましい。ここで、表面にNi、Ni合金を使用した場合には特に加工、焼鈍が容易となり、また製品と後の表面処理も行ない易い。

上述のような塑性加工の途中においては適宜中間焼鈍を施すのが通常である。但しこの発明の場合塑性加工段階ではTiおよびNiが化合物化されていない純Ti、純Niの状態（複合状態）で存在しているから、加工性は従来の各種の固溶強化型Ti合金と比較して格段に優れており、したがって中間焼鈍を行うまでの加工率を従来よりも格段に大きくすることができる。なお塑性加工途中における中間焼鈍の温度は、その焼鈍によってNi-Ti系化合物を生成させないように、500℃程度以下とすることが望ましい。

このようにして圧粉体を所望の形状に塑性加工した状態では圧粉体はほぼ真密度に近い状態となっている。この状態でNiおよびTiをその境界面（すなわち第1の方法の場合にはNi粒とTi粒と

の接界面、第2の方法の場合はTi粒のNiメッキ界面）において相互に拡散させてNi-Ti化合物を生成させるための熱処理を施す。この熱処理は600℃～1000℃程度の温度範囲で0.5～6時間程度行うことが望ましい。600℃未満の温度では十分にNi-Ti化合物を生成させることが困難であり、また1000℃を越えれば析出粒子が凝集して粒子間隔が大きくなり、強度向上が望めなくなる。またその熱処理の雰囲気は真空中または不活性ガス雰囲気とすることが望ましい。

このような熱処理を行うことによって圧粉体中の各粉末粒子相互間が強固に焼結結合され、同時にNi-Ti系化合物が生成されて、そのNi-Ti系化合物がTi基体中に分散された状態となり、分散強化により高強度、高硬度を有することとなる。この状態のまま製品に使用しても良いが、さらに高強度、高硬度を得たい場合には、ローラーダイス、線引、押出等によってさらに50%以上の強加工を施すことが望ましい。このようにNi-Ti系化合物生成後に強加工を施せば、加工による転

位の増大とともにNi-Ti系化合物がさらに微細に分散される結果、その微細なNi-Ti系化合物粒子による分散強化効果が一層向上し、著しく高強度、高硬度のTi合金を得ることができる。

以上の説明において、この発明のTi合金は加工性を害さない範囲内でAl 0.1～3重量%、Cr 0.1～2重量%、Cu 0.1～4重量%、Co 0.05～2重量%、Mo 0.1～2重量%、V 0.01～0.8重量%、Sn 0.1～3重量%のうちの1種または2種以上を添加しても良い。この場合これらの添加元素は、予めTi粉末に合金元素として含有させておいても良く、あるいは別に単独粉末あるいは合金粉末として添加しても良い。

またこの発明のTi合金は、その強度が主としてTi基体中に分散されたNi-Ti系化合物の量に左右されるから、NiとTiの配合能を変えて化合物量を変化させることにより容易に強度を調整することができる。

なおNi-Ti系化合物は高温において安定であるから、高温でも強度の低下は少なく、またこの

種の合金では最終的に焼鈍してから使用することが多いが、分散強化型のため焼鈍後の強度低下も少ない。

以下にこの発明の実施例を記す。

#### 実施例1.

粒径1～4μmのTi粉末と粒径4～8μmのNi粉末とを重量比でそれぞれ98%、2%混合し、V型ミキサーで10時間混合処理した。その混合粉末を外径80mm、長さ200mm、肉厚1mmの天然ゴム製のパイプに充填し、8500kg/cm<sup>2</sup>の圧力で静水圧圧縮し、圧粉体を得た。その圧粉体を外径48mm、長さ120mmに機械加工した後、外径50mm、肉厚1mm、長さ150mmの純Ni製パイプに充填し、電子ビーム溶接にて両端を溶接した。これを600℃に均熱した後押出加工によって外径20mmとした後、線引加工により外径10mmとし、500℃においてArガス雰囲気中で1時間焼鈍した後、再び線引加工を行って外径4mmとし、さらに500℃においてArガス雰囲気中で30分間焼鈍し、線引加工により外径2mmに加工した。

次いで真空中において900℃×2時間の熱処理を施し、Ni-Ti系化合物を生成させた。

#### 実施例 2

粒径1～4 μmのTi粉末の表面に約0.05 μmのNiメッキを無電解メッキにより行った。このNiメッキTi粉末を前記同様の天然ゴム製パイプに充填し、以下実施例1と同様の工程を実施した。

#### 実施例 3

実施例1の工程にしたがって外径4mmに線引き加工した段階で、真空中において900℃×2時間の熱処理を施し、これによりNi-Ti系化合物を生成させた後、ローラーダイスにより冷間加工して外径2mmの線材とした。

#### 実施例 4

実施例2の工程にしたがって外径4mmに線引き加工した段階で、真空中において900℃×2時間の熱処理を施し、これによりNi-Ti系化合物を生成させた後、ローラーダイスにより冷間加工して外径2mmの線材とした。

以上の各実施例により得られた線材の室温および

400℃における機械的特性、およびこれにさらに800℃の焼鈍を加えた場合の室温における機械的特性を調べた結果を第1表に示す。

#### 実施例 5

実施例1の方法において、Niの配合量を0～50%まで変化させ、さらに最終的に50%の冷間加工を附加して線材を得た。

この実施例5により得られた線材の硬度および伸びとNi配合量との関係を調べた結果を第1図に示す。

第1表

	焼 鈍 前 特 性				焼 鈍 後 特 性	
	硬 度 (Hv)		引張強さ (kg/mm <sup>2</sup> )		硬 度 (Hv)	引張り強さ (kg/mm <sup>2</sup> )
	室 温	400℃	室 温	400℃		
実施例1	175	147	78	51	155	75
" 2	183	153	81	53	170	80
" 3	354	265	125	100	295	114
" 4	341	270	122	98	315	118

第1表から明らかなように、室温および高温(400℃)のいずれにおいても各実施例により得られた線材は高硬度、高強度を示し、また焼鈍後においても硬度および強度の低下は少なかった。特に実施例3および4はNi-Ti系化合物を生成させた後に50%の加工を加えたものであるが、この場合には硬度および強度の向上が著しいことが明らかである。また各実施例はいずれも中間焼鈍の前後の各加工における加工率(断面減少率)を75%以上としたが、特に加工に支障はなかった。従来の同程度の強度の固溶強化型Ti合金では加工率50%程度で中間焼鈍を必要としていたから、従来と比べてこの発明の場合には加工が容易であることが明らかである。

また、第1図に示される実施例5の結果から、最終的に得られた製品においてはNi配合量の増加に伴って硬さが急激に上昇し、また伸びが減少し、Ni30%を超えればほとんど伸びがなくなり、その後の加工が不可能となることが明らかである。

以上の説明で明らかなようにこの発明のTi合

金は、Ti基地中にNi-Ti系金属間化合物を分散させて分散強化により高強度としたものであり、したがって経費性を損うことなく室温、高温における高強度が得られ、しかもその製造にあたっては純Ti、純Niの状態で塑性加工がなされるため、加工が従来の各種の固溶強化型のTi合金と比較して格段に容易であり、したがって加工歩留りが高いとともに加工工程における中間焼鈍の回数を従来よりも格段に少なくして、加工コストを低減することができ、さらにはTi、Niの配合量を変えるだけで容易に強度を調整でき、また焼鈍による強度低下も少ない等、各種の優れた長所を有するものである。

#### 4.図面の簡単な説明

第1図は実施例5により得られた線材のNi配合量と硬度、伸びとの関係を示すグラフである。

第 1 図

